

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
 - TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
 - FADED TEXT
 - ILLEGIBLE TEXT
 - SKEWED/SLANTED IMAGES
 - COLORED PHOTOS
 - BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
 - GRAY SCALE DOCUMENTS
-

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-70929

(43) 公開日 平成7年(1995)3月14日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

D 0 6 M 13/402

11/40

13/256

D 0 6 M 13/ 40

1/ 06

Z

審査請求 未請求 請求項の数14 O L (全 7 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平6-187644

(22) 出願日 平成6年(1994)8月10日

(31) 優先権主張番号 0 2 3 7 6 / 9 3 - 6

(32) 優先日 1993年8月10日

(33) 優先権主張国 スイス (CH)

(71) 出願人 390023146

チバーガイギー アクチエンゲゼルシャフト

C I B A - G E I G Y A K T I E N G E
S E L L S C H A F T

スイス国 4002 バーゼル クリベックシ
ュトラーセ 141

(72) 発明者 アルバート シュテーリン

フランス国, 68300 ロゼナウ, リュー
ドゥ ボウギユ 6

(72) 発明者 トーマス マイヤー

ドイツ国, シュリーレンゲン 79418, アム
ウンテルン ビーフアンク 23

(74) 代理人 弁理士 岡部 正夫 (外5名)

(54) 【発明の名称】 シルケット加工用湿潤組成物

(57) 【要約】

下記式の化合物の少なくとも1種を含有するシルケット
加工用湿潤組成物を提供する。

【化7】



(式中、R₁はヒドロキシルまたは-SO₃M、R₂はC₄-
C₁₈アルキル、Mはアルカリ金属、nは0または1
または2乃至6である)。本化合物は容易に生物分解され、
しかも高い高湿潤性のみでなく泡低減効果をも有してい
る。

1

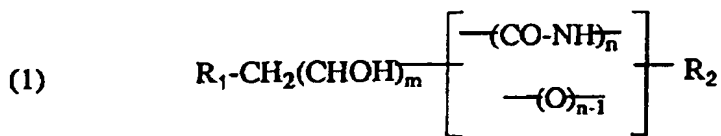
2

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 下記式の化合物の少なくとも 1 種を含有 *

* するシルケット加工用湿潤組成物

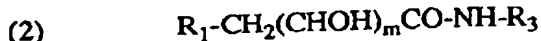
【化 1】



(式中、 R_1 はヒドロキシルまたは $-SO_3$ 、 M 、 R_2 は C_4 、 $-C_{10}$ アルキル、 M はアルカリ金属、 n は 0 または 1、 m は 2 乃至 6 である)。

【請求項 2】 下記式の化合物の少なくとも 1 種を含有する請求項 1 記載のシルケット加工用湿潤組成物

【化 2】



(式中、 R_1 はヒドロキシルまたは $-SO_3$ 、 M 、 R_3 は C_4 、 $-C_{10}$ アルキル、 M はアルカリ金属、 m は 2 乃至 6 である)。

【請求項 3】 式 (1) または (2) 中の m が 2 乃至 4 である請求項 1 または 2 記載のシルケット加工用湿潤組成物。

【請求項 4】 下記式の化合物の少なくとも 1 種を含有する請求項 1 記載のシルケット加工用湿潤組成物

【化 3】



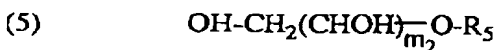
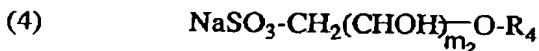
(式中、 R_1 はヒドロキシルまたは $-SO_3$ 、 M 、 R_4 は C_4 、 $-C_{10}$ アルキル、 M はアルカリ金属、 m は 2 乃至 6 である)。

【請求項 5】 式 (3) 中の m が 2 乃至 4 である請求項 4 記載のシルケット加工用湿潤組成物。

【請求項 6】 式 (1) の複数の化合物を含有する請求項 1 記載のシルケット加工用湿潤組成物。

【請求項 7】 下記 2 つの式の化合物の混合物を含有する請求項 6 記載のシルケット加工用湿潤組成物

【化 4】



(式中、 R_4 は C_6 、 $-C_{10}$ アルキル、 R_5 は C_4 、 $-C_8$ アルキル、 m_2 は 2 乃至 4 である)。

【請求項 8】 式 (5) がブチルグリコシドを表す請求項 7 記載のシルケット加工用湿潤組成物。

【請求項 9】 式 (4) の化合物と式 (5) の化合物との割合が 8 : 2 乃至 6 : 4 である請求項 6 乃至 8 のいずれかに記載のシルケット加工用湿潤組成物。

【請求項 10】 セルロース含有繊維材料のシルケット加工のために請求項 1 乃至 9 のいずれかに記載のシルケット加工用湿潤組成物を使用する方法。

【請求項 11】 請求項 1 乃至 9 のいずれかに記載のシ※ 50

※ ルケット加工用湿潤組成物を含有するシルケット加工浴。

10 【請求項 12】 請求項 11 記載のシルケット加工浴を使用することを特徴とするセルロース含有繊維材料のシルケット加工方法。

【請求項 13】 請求項 12 記載の方法によってシルケット加工されたセルロース含有繊維材料。

【請求項 14】 シルケット加工洗滌浴からアルカリ金属水酸化物を回収する際に泡の発生を減少させる方法において、そのシルケット加工浴に請求項 1 乃至 9 のいずれかに記載のシルケット加工用湿潤組成物を添加することを特徴とする方法。

20 【発明の詳細な説明】

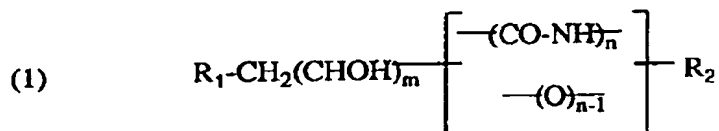
【0001】 本発明は、セルロース含有繊維材料のための炭水化物をベースとしたシルケット加工用湿潤組成物に関する。シルケット加工は、セルロース含有繊維材料の加工に使用される 1 つの常用の工程であり、セルロース含有繊維材料をアルカリ金属水酸化物の水溶液を用いて処理することより成る。

【0002】 シルケット加工用湿潤組成物は、種々の使用上の必要条件を満足しなければならない。他方では、強アルカリ性シルケット加工液中において適切な湿潤力を発揮することが要求される。高速シルケット加工機械の中においてはシルケット加工される繊維材料が加工液中を高速で移動するから、低速で作動される機械の場合よりも短時間内に繊維材料を湿潤させなければならない。シルケット加工される繊維材料の高速移動は加工液の泡立ちを増大させる。この泡立ちのため、たとえば糸のシルケット加工の場合、糸の迅速な湿潤が阻害されるばかりでなく、均質な湿潤も妨害される。したがって、良いシルケット加工用湿潤組成物の 1 つの評価基準は、シルケット加工液の泡の発生の予防である。さらに、大容積の泡層の形成は、シルケット加工浴に後続する洗滌浴内におけるアルカリ金属水酸化物の濃縮および回収が妨害されることを意味する。

【0003】 欧州特許第 A-0102930 号は、脂肪アルコールのスルホン酸エステルをベースとしたシルケット加工用湿潤組成物を開示しており、この組成物を使用すると高い湿潤効果のみならず泡抑制効果も得られる。しかし、残念なことに、この湿潤組成物はエコロジカルな観点から不利がある。なぜならば、これは生物分解されにくいからである。

【0004】 しかし今回、炭水化物をベースとした容

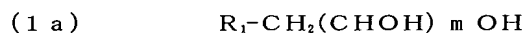
易に生物分解され、しかも高湿潤性のみならず泡低減効果をも有するシルケット加工用湿潤組成物が開発された。すなわち、本発明は下記式の化合物の少なくとも1*



式中、 R_1 はヒドロキシルまたは $-SO_3$ 、 M 、 R_2 は C_4 - C_{18} アルキル、 M はアルカリ金属、 m は2乃至6、 n は1または0である。本発明は、さらに、上記のシルケット加工用湿潤組成物を含有するシルケット加工液、セルロース含有繊維材料をシルケット加工する方法ならびにシルケット加工洗滌浴からアルカリ金属水酸化物を回収する際における泡の発生を減少させる方法をも提供する。

【0005】式(1)の化合物は、その式(1)中の角カッコ内の残基が $-O-$ ($n=0$)である場合にはアルキルグリコシド(アルキルエーテルポリオール)であり、また、その式(1)中の角カッコ内の残基が $-CO-NH-$ ($n=1$)である場合にはアルキルカルボキシアミドグリコシド(アルキルグリコンアミド)である。本発明に従って使用されるアルキルグリコシド/アルキルカルボキシアミドグリコシドそれ自体は公知の化合物であり、その製造方法は各種の刊行物に記載されている。たとえば、アルキルグリコシドの製造法は下記の刊行物に記載されている：米国特許第3547828号、米国特許第3727269号、米国特許第3839318号、欧州特許出願A-0301298号、欧州特許出願A-0357696号、欧州特許出願A-0362671号。

【0006】すなわち、アルキルグリコシド反応生成物は、下記式の単糖



と下記式のアルコール



(式中、 R_1 はヒドロキシルまたは $-SO_3$ 、 M 、 R_2 は C_4 - C_{18} アルキル、 m は2乃至6である)とから、触媒としての酸、たとえば塩酸の存在下において過剰のアルコールを使用して直接反応させるか、あるいは溶剤としてかつまた反応体として作用する低級アルコールを使用したアセタール交換反応によって製造することができる。本発明に従って使用されるアルキルグリコシドは、たとえば単糖グルコース、フルクトース、マンノース、ガラクトース、タロース、アロース、アルトロース、イソース、アラビノース、キシロース、リキソースまたはリボースと対応する C_4 - C_{18} アルコールとの反応生成物である。

【0007】有利に使用されるアルコールは直鎖アルコールであり、これは合成アルコールであっても、あるいは脂肪アルコールのごとく天然原料から得られたもので

*種を含有するシルケット加工用湿潤組成物を提供する。

【化5】

あってもよい。天然起源のアルコールは、たとえばミリスチルアルコール、セチルアルコール、ステアシルアルコール、オレイルアルコールである。合成アルコールの例は第1に分枝炭化水素から誘導されたもの、たとえばイソブチルアルコール、sec-ブタノール、tert-ブタノール、イソアミルアルコール、2-エチルブタノール、2-メチルペンタノール、5-メチルヘプタン-3-オール、2-エチルヘキサノール、1、1、3、3-テトラメチルブタノール、2-オクタノール、イソノニルアルコール、トリメチルヘキサノール、トリメチルノニルアルコール、 n -デカノール、 C_9 - C_{11} オキソアルコールまたはヘキサデシルアルコールである。もちろん、これらアルコールは混合物であってもよい。かかる混合物は、特に油脂化学の分野においてよく知られている直鎖 C_4 - C_{18} アルコールの工業品位混合物から誘導されうる。

【0008】本発明に従って使用されるアルキルグリコシドは、その合成法のために、少量の、好ましくは2重量%以下の未転化 C_4 - C_{18} アルコールを含有することがあり得るが、シルケット加工用湿潤組成物としてかかるアルコールを使用することにはなんらの不都合はない。

【0009】本発明に従って使用される一般式(1)のアルキルカルボキシアミドグリコシドは、たとえばフランス国特許第A-2523962号から公知である。これら化合物は、たとえば下記式のアルドン酸



(式中、 R_1 はヒドロキシルまたは $-SO_3$ 、 M であり、 m は2乃至6である、なお、この化合物はラク톤の形で存在しうる)を、下記式のアミン



(式中、 R_2 は C_4 - C_{18} アルキルである)と反応させることによって製造される。アルドン酸のカルボキシル基は、有機溶剤中においてカルボジイミド、たとえばジシクロヘキシルカルボジイミドを使用して活性化することができる。所望の場合には、触媒としてヒドロキシベンゾトリアゾールを使用することができる。本発明に従って使用されるグリコシド(グリコンアミド)の製造の際には、アルドン酸はそのアルカリ金属塩の形、たとえばナトリウム塩またはカリウム塩の形で使用される。

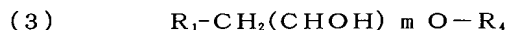
【0010】式(1c)のアルドン酸は、常用方法によって、対応する単糖の酸化、たとえば電気化学的酸化に

よって製造される。適当な式(1c)のアルドン酸の例は、グルコン酸、マンノン酸、ガラクトン酸、リキソン酸、アラボン酸、キシロン酸、リボン酸、グルコヘプトン酸またはグルコオクトン酸である。一般式(1)のアルキルアミドグリコシド製造のためのアミンとしての使用に適当するものは、たとえばn-オクチルアミン、tert-オクチルアミン、デシルアミン、ドデシルアミン、ラウリルアミン、テトラデシルアミンまたはミリスチルアミン、ヘキサデシルアミンまたはパルミチルアミン*



式中、 R_1 はヒドロキシルまたは $-SO_3M$ 、 R_2 は C_4-C_{10} アルキル、 M はアルカリ金属、 m は2乃至6である。特に好ましいのは、式中の m が2乃至4である式(1)または(2)の化合物の少なくとも1種を含有しているシルケット加工用湿潤組成物である。

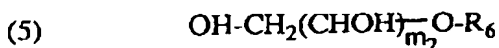
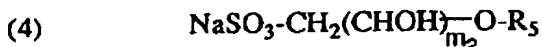
【0012】本発明のシルケット加工用湿潤組成物中に存在するアルキルグリコシド化合物は、好ましくは下記式の化合物である。



式中、 R_1 はヒドロキシルまたは $-SO_3M$ 、 R_2 は C_4-C_{10} アルキル、 M はアルカリ金属、 m は2乃至6である。これらの化合物の中でも、 m が2乃至4であるものが特に好ましい。

【0013】式(1)の化合物は、単一化合物として使用されるばかりでなく混合物としても使用される。好ましい混合物は、下記式の複数の化合物を含有する。

【化6】



式中、 R_5 は C_4-C_{10} アルキル、 R_6 は C_4-C_8 アルキル、 m_2 は互いに独立的に2乃至4である。式(5)の化合物は、特に好ましくはブチルグリコシドである。混合物中の式(4)の化合物と式(5)の化合物との混合比は、9:1乃至5:5、好ましくは8:2乃至6:4である。

【0014】本発明によるシルケット加工用湿潤組成物は、好ましくは水溶液の形態で使用される。所期の目的のためには、シルケット加工浴1リットル当たり本水溶液を1乃至20g、好ましくは2.5乃至10g使用する。

【0015】シルケット加工はセルロース繊維材料に、たとえば高度の光沢を与える。同時に、その繊維材料の染料染色性および破断強度が改善される。この目的のために、セルロース含有繊維材料をアルカリ金属水酸化物の濃溶液(約22乃至28%)を用いて処理する。たとえば水酸化リチウム、水酸化ナトリウムまたは水酸化カリウム、またはこれら水酸化物の混合物の水溶液を用いて処理される。この加工において、繊維材料を同時に

*ン、さらにはオクタデシルアミンまたはステアリルアミンなどである。アルカリ金属とは、リチウム、カリウム、ナトリウム、そして好ましくはナトリウムを意味するものと理解されたい。

【0011】好ましくは、本発明に従って使用されるシルケット加工用湿潤組成物は、少なくとも1種の下記式のアルキルカルボキシアミドグリコシド化合物を含有する。

緊張処理(drawing step)にかけることができる。この工程は、光沢効果をさらに高める。最も頻繁に使用されている変法は、冷シルケット加工(これは20乃至80℃の浴温度において実施される高温シルケット加工に對立する言葉である)である。冷シルケット加工においては、浴温度は約-20℃から+20℃までの範囲である。-20℃まで冷却された浴を使用することによって特別な効果、たとえば透明効果が得られる。しかしながら、5乃至20℃の温度が好ましい。繊維材料が乾燥状態においてシルケット加工される場合には乾式シルケット加工といわれ、予備精練または予備湿潤された状態でシルケット加工される場合には湿式シルケット加工とよばれている。特に乾式シルケット加工の方式においては、当然ながら高性能のシルケット加工用湿潤組成物が必要となる。

【0016】本発明のシルケット加工用湿潤組成物のいま1つの有利な特性は、シルケット加工浴のアルカリ金属水酸化物溶液中に存在する鉄イオンを結合する能力があることである。本発明のシルケット加工用湿潤組成物は、高い鉄結合能を有している。このことはシルケット加工浴に適当な錯形成剤を付加的に使用する必要がなくなるという利点をもたらす。

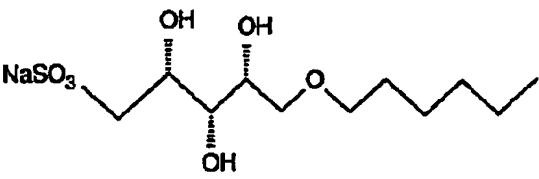
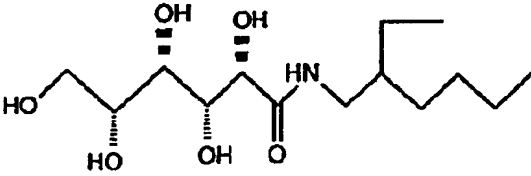
【0017】適当なセルロース含有繊維材料を特にあげれば、木綿および再生セルロースたとえばステープルビスコースやフィラメントビスコースとの混合繊維材料である。しかしながら、天然セルロース(たとえば、木綿および大麻や亜麻)と再生セルロースとの混合繊維材料のシルケット加工は、それら成分繊維の特性が互いに逆であるので、シルケット加工液の濃度と組成とに関して厳しい条件が課せられる。これが、混合繊維材料のほとんどがもつぱら乾式シルケット加工され、混合繊維材料が精練または湿潤浴との付加的(臨界的)接触を回避される理由である。

【0018】工業的には、シルケット加工はヤーンまたはピースシルケット加工として実施される。これらのシルケット加工方式の詳細ならびにシルケット加工の一般的説明は、ドイツ、シュツツガルツのWissenschaftliche Verlagsgesellschaft 社1964年発行のLindner, Textilhilfsmittel und Waschrohstoff, 第2巻、1474頁以降に記載されている。

【0019】しかしながら、本発明のシルケット加工用湿潤組成物は、シルケット加工浴に後続する洗滌浴からアルカリ金属水酸化物を迅速かつ困難なく回収することも可能ならしめる。浴から水を蒸留除去してシルケット加工浴のアルカリ金属水酸化物含有濃度にまでアルカリ金属水酸化物を濃縮する過程において、本シルケット加工用湿潤組成物はほとんど泡を発生する傾向を有しない。得られた濃縮アルカリ金属水酸化物の溶液は、そのあとシルケット加工浴に再使用することができる。以下、本発明を実施例によってさらに説明する。これら実施例は本発明を限定するものではない。実施例中の部およびパーセントは、特に別途記載のない限り、重量ベースである。

【0020】実施例 1-4

表 1

実施例	化合物番号		濃度 (g/l)	収縮能 (秒)
1	(101)		6	13
2	(101) + (102)	ブタノール中ブチルグリコシド 32.4% 溶液	3.6 2.4	5
3	(103)		6	15
4	(103) + (102)		4.8 1.2	9

式 (101) 乃至 (103) の化合物のほか、さらに次表の化合物を使用することができる。

※

* 本実施例は、シルケット加工浴中における木綿の収縮能 (shrinkage capacity) のドイツ標準規格 DIN 53987 による測定に関する。収縮能は、シルケット加工液に木綿糸を入れた時に最初の長さのある特定比率にまで収縮するのに要する時間によって表示される。この目的のために、精練された木綿原糸の 1 かせ (重さ 1 g, 長さ 24 cm) に 33 g の錘をつけられて、アルカリ性シルケット加工液を充填したガラスシリンダーの中に浸漬する。測定されるのは、30° ボーメのアルカリ金属水酸化物溶液 (30° ボーメは、浴 100 g 中に 100% NaOH 23.5 g を含有している浴に相当する) の中で当該かさが 20% 収縮するまでに要した時間である。試験結果を表 1 に示す。

* 【表 1】

※ 【表 2】

表 2

$R_1-CH_2(CHOH)_m-A-NH-R_2$				
下記式の化合物	R_1	R_2	A	m
(104)	$NaSO_3$	$(CH_2)_5CH_3$	$-(CO)NH-$	4
(105)	$NaSO_3$	$(CH_2)_7CH_3$	$-(CONH)-$	4
(106)	$NaSO_3$	$-(CH_2)_9CH_3$	$-(CONH)-$	4
(107)	$NaSO_3$	$-(CH_2)_5CH_3$	$-O-$	3
(108)	$NaSO_3$	$-(CH_2)_3CH_3$	$-O-$	3
(109)	$NaSO_3$	$-(CH_2)_5CH_3$	$-O-$	3
(110)	$NaSO_3$	$-(CH_2)_7CH_3$	$-O-$	3
(111)	$NaSO_3$	$-(CH_2)_9CH_3$	$-O-$	3
(112)	OH	$\begin{array}{c} -CH_2CH-(CH_2)_3CH_3 \\ \\ CH_2CH_3 \end{array}$	$-(CO)NH-$	4
(113)	$NaSO_3$	$\begin{array}{c} -CH_2CH-(CH_2)_3CH_3 \\ \\ CH_2CH_3 \end{array}$	$-(CO)-NH-$	3
(114)	OH	$\begin{array}{c} -CH_2CH-(CH_2)_3CH_3 \\ \\ CH_2CH_3 \end{array}$	$-(CO)NH-$	3

【0021】実施例 5

鉄結合能 [Fe の mg/g] の測定

式 (101) の化合物 0.1 g を水約 19 g に溶解し、そして一連の試験において、0.1 ml きざみで $FeCl_3$ 1 モル溶液の量を増加させながら混合した。ついで、29.375% の NaOH 溶液 80 g を用いて浴を 100 g に調整した。式 (101) の化合物の鉄結合能は、鉄 110 mg/g であった。式 (101) の化合物の代えて式 (103) の化合物を使用したところ、この式 (103) の化合物は鉄 170 mg/g の鉄結合能を示した。

【0022】実施例 6

OECD 法 302B による生物分解性

試験物質、ミネラル栄養素および比較的高比率の量の活 *

* 性土壌沈降物を含有する混合物を水性媒質中で攪拌し、そして暗中または拡散光下 20 乃至 25℃ において 28 日間通気した。また、活性土壌沈降物とミネラル栄養素とは含むが、試験物質を含有していない混合物を使用して対照試験を並行して実施した。生物分解の進行は、濾過試料の DOC または COD を測定することによって通常毎日または一定時間間隔で測定される。パーセントで表される OECD 値は、各測定時間間隔後に対照試料に関して補正された初期 DOC に対する除去 DOC (または COD) の割合である。本発明の化合物の測定 OECD 値は以下のとおりであった：

式 (101) の化合物： 13 日後 56 %
式 (103) の化合物： 15 日後 98 %

フロントページの続き

(51) Int. Cl. ⁶

// D O 6 M 101:06

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

D O 6 M 13/32